**Mettler-Toledo AG**
Laboratory & Weighing Technologies
CH-8606 Greifensee, Svizzera
Telefono +41-44-944 22 11
Fax +41-44-944 30 60

**www.mt.com/moisture**
Per ulteriori informazioni

Con riserva di modifiche tecniche
© 05/2013 Mettler-Toledo AG
Stampato in Svizzera 11796099

Guida per Analisi dell'umidità

Installazione Corretta
Gestione senza errori
Rapidità nelle Misure
Risultati accurati

Procedure
Fondamenti

# Determinazione dell'Umidità

## con Analizzatore Alogeno di Umidità

METTLER TOLEDO

## Indice dei contenuti

**1. Introduzione** 3

**2. Struttura e contenuto** 4

**3. Determinazione dell'umidità con l'analizzatore di umidità a lampada alogena**
3.1. Principio di misurazione 5
3.2. Installazione 8
3.2.1. Ubicazione dell'analizzatore di umidità 8
3.2.2. Messa in funzione 11
3.2.3. Funzionamento di routine 13
3.2.4. Trattamento del campione 14
3.3. Sviluppo dei metodi e campioni speciali 18
3.3.1. Sviluppo del metodo 19
3.3.2. Campioni speciali 25
3.4. Validazione di un metodo 30
3.5. Esempi di applicazioni 32

**4. Confronto di tecnologie per processi di misurazione tipici per la determinazione dell'umidità** 36

**5. Terminologia tecnica** 38

**6. Indice** 42

**7. Bibliografia** 44

# 1. Introduzione

L'umidità influisce sulla lavorabilità, la conservazione, l'utilizzo e la qualità di molti prodotti come sostanze farmaceutiche, materie plastiche o alimenti. Per questo la conoscenza e il controllo del contenuto di umidità sono così importanti. La maggior parte delle sostanze ha un contenuto di umidità che consente di lavorarle in modo ottimale e di ottenere così la massima qualità. Inoltre, il contenuto di umidità è un fattore determinante per il prezzo e, per alcuni prodotti, vigono norme di legge che regolano questo parametro (esempio ordinanza sugli alimenti).

Queste disposizioni in materia di umidità devono essere attuate in modo affidabile e rapido per poter eventualmente intervenire tempestivamente nel processo di produzione, evitando interruzioni. Un metodo rapido e preciso è dato dalla misurazione termogravimetrica con l'analizzatore di umidità a lampada alogena, in cui il campione viene pesato e scaldato con una lampada alogena. Il calo ponderale viene rilevato costantemente e l'essiccamento viene portato a termine secondo un criterio definito. Dalla differenza di peso si calcola automaticamente il contenuto di umidità (vedere anche 3.1 "Principio di misurazione").

Poiché anche altre sostanze, oltre all'acqua, possono volatilizzarsi se riscaldate, in caso di misurazione termogravimetrica il calo ponderale può essere ricondotto non solo ad una perdita di acqua. Per questo nei processi termogravimetrici si parla di contenuto di umidità (vedere il paragrafo 5. "Terminologia tecnica").

# 2. Struttura e contenuto di questa brochure

La presente guida ha lo scopo di spiegare in modo semplice e comprensibile come avviene la determinazione dell'umidità con un analizzatore di umidità a lampada alogena. Fornisce indicazioni in merito ai punti essenziali per lavorare con questo strumento e supporto per determinare in modo rapido, affidabile e facile questo parametro.

Oltre ad informazioni relative all'installazione, all'ubicazione, alla pulizia e al trattamento dei campioni, questa brochure spiega come individuare le impostazioni ottimali per ogni singolo campione (3.3.1 "Sviluppo del metodo"), per ottenere in modo rapido e semplice i valori di misurazione dell'umidità determinati con un metodo di riferimento (ad esempio essiccatoio ad armadio). Inoltre offre utili suggerimenti su come ottenere risultati eccellenti con campioni speciali come ad esempio liquidi o sostanze che formano una pellicola sulla superficie.

Questa guida include suggerimenti per la validazione dei metodi, alcuni esempi applicativi e un breve confronto tra diverse tecnologie in grado di determinare l'umidità delle sostanze.

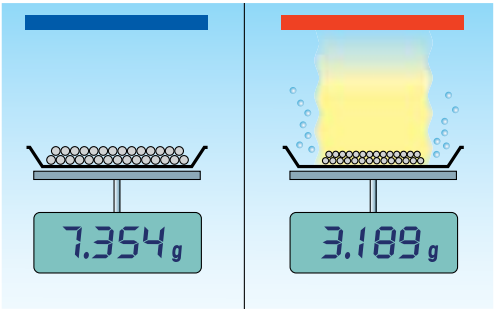
# 3. Determinazione dell'umidità con l'analizzatore di umidità a lampada alogena

## 3.1. Principio di misurazione

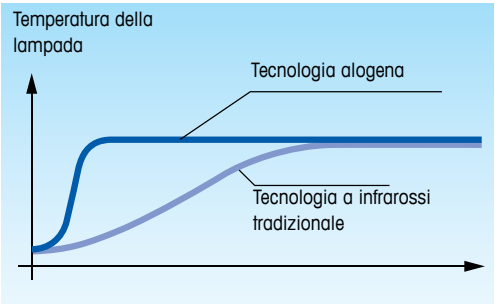
Questo paragrafo spiega l'esatto funzionamento della determinazione dell'umidità con l'analizzatore di umidità a lampada alogena. Si tratta essenzialmente del metodo di essiccamento (riscaldamento del campione mediante radiazione termica) e del principio relativo al criterio di spegnimento.

### Analizzatore di umidità a lampada alogena

L'analizzatore di umidità a lampada alogena opera secondo il principio termogravimetrico, cioè si misura il peso iniziale del campione, poi una lampada alogena essicca il campione mentre una bilancia integrata misura costantemente il peso del campione. Il calo ponderale viene considerato come contenuto di umidità.

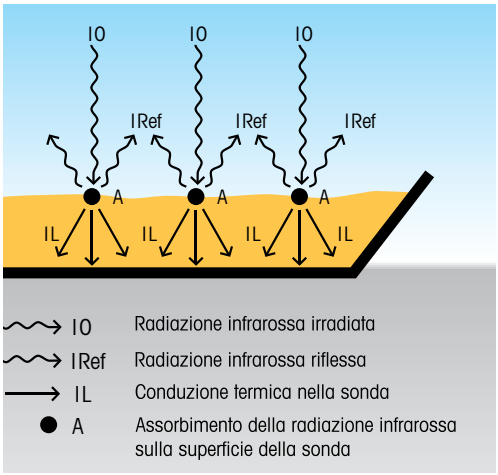



L'essiccamento con la lampada alogena rappresenta un'evoluzione tecnologica del metodo di essiccamento a infrarossi. L'elemento riscaldante è costituito da un tubo di vetro contenente gas alogeno, per cui la massa della lampada alogena è molto bassa rispetto a una lampada a infrarossi convenzionale. Ciò consente di raggiungere rapidamente la potenza di riscaldamento massima ed un'eccezionale regolabilità. Il riflettore placcato oro garantisce una distribuzione ottimale, perchè uniforme, della radiazione termica su tutta la superficie del campione. Questo è il presupposto per risultati di misurazione riproducibili.

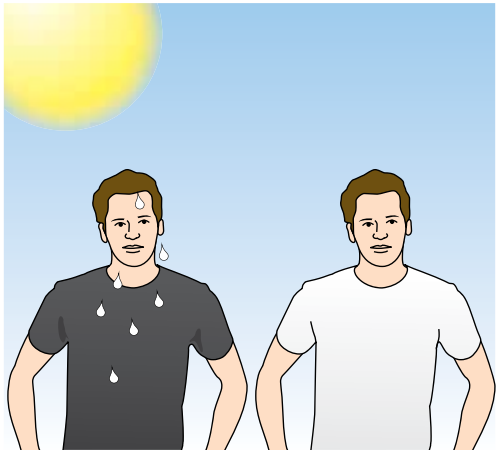


## Il processo di essiccamento

Rispetto al tradizionale essiccatoio, in cui il campione viene riscaldato per convezione ed essiccato per un lungo periodo di tempo, con l'analizzatore di umidità a lampada alogena il campione assorbe la radiazione infrarossa (radiazione termica) della lampada alogena. In questo modo il campione si riscalda molto rapidamente.




Le sostanze hanno differenti proprietà di assorbimento, che dipendono principalmente dal colore e dal tipo di materiale. Pertanto è necessario accertarsi che il campione sia granulato in modo omogeneo e uniforme. In genere le superfici lisce e chiare riflettono maggiormente la radiazione infrarossa, assorbono meno energia e il campione si riscalda di meno. Pertanto, le proprietà di assorbimento di un campione influiscono sulla sua effettiva temperatura.

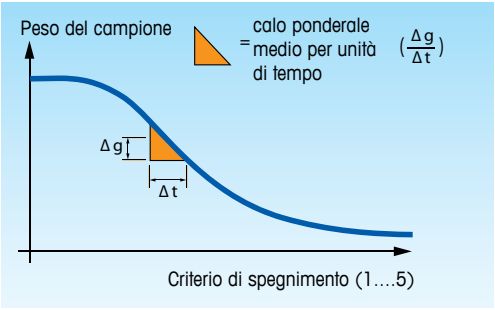


Questo effetto di assorbimento è noto: se si resta esposti al sole con una camicia nera, si ha molto più caldo rispetto a quando si indossa una camicia bianca. Quindi per un campione scuro è opportuno scegliere una temperatura di misurazione leggermente più bassa rispetto ad una sostanza chiara.

## Criterio di spegnimento

Il criterio di spegnimento (AK) stabilisce quando concludere automaticamente la misurazione con l'analizzatore di umidità a lampada alogena e quindi visualizzare il risultato.
L'analizzatore di umidità a lampada alogena offre due diversi criteri di spegnimento: lo spegnimento temporizzato o il calo ponderale per unità di tempo. La bilancia integrata rileva costantemente la perdita di peso del campione durante l'essiccamento. Quando la perdita di peso ($\Delta$ g) in un determinato intervallo di tempo ($\Delta$ t) risulta inferiore a quanto previsto, l'essiccamento viene interrotto sempre allo stesso grado e il risultato viene visualizzato. Sono disponibili 5 criteri di spegnimento predefiniti. L'analizzatore di umidità a lampada alogena HR83 offre anche un ulteriore criterio che consente di selezionare liberamente tempo e peso, il criterio di spegnimento libero.

AK 1 (1 mg/10 s): ideale per rapide misurazioni dell'andamento
AK 2 (1 mg/20 s): livello intermedio
AK 3 (1 mg/50 s): impostazione standard, ideale per la maggior parte delle tipologie di campioni
AK 4 (1 mg/90 s): livello intermedio
AK 5 (1 mg/140 s): ideale per campioni che essiccano lentamente con scarso contenuto di umidità (ad esempio materie plastiche)

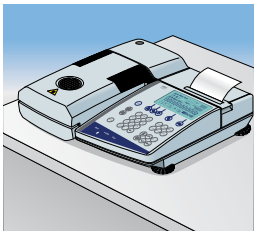



La scelta del criterio di spegnimento influisce sul tempo di misurazione e sull'esattezza della misurazione. L'essiccamento più breve si ottiene con il criterio AK 1, tuttavia in questo caso l'essiccamento spesso non viene portato completamente a termine e la ripetibilità risulta ridotta. Scegliendo il criterio di spegnimento si ottimizza la durata del tempo di misurazione rispetto all'accuratezza richiesta dal risultato.

## 3.2. Installazione

### 3.2.1. Ubicazione dell'analizzatore di umidità a lampada alogena

Poichè la misurazione dell'umidità mediante l'analizzatore di umidità si basa su una pesata altamente accurata, l'esattezza e la ripetibilità dei risultati relativi all'umidità sono strettamente collegate all'ubicazione dello strumento. Rispettare i seguenti punti al fine di permettere all'analizzatore di umidità di operare nelle migliori condizioni:



#### Tavolo di pesata

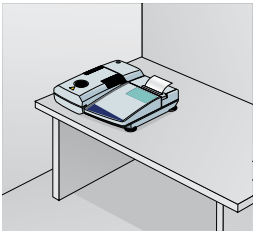
- Stabile (tavolo da laboratorio, tavolo in pietra)
  Il tavolo di pesata non deve flettersi all'appoggio e deve essere possibilmente privo di vibrazioni.

Suggerimento: con l'adattatore antivibrazioni è possibile adeguare lo strumento alle condizioni esterne del luogo di montaggio. Per l'uso in condizioni turbolente, impostare l'adattatore antivibrazioni sul livello alto.

- Antimagnetico (evitare piani in acciaio)
- Fissaggio unico
  Deve essere posizionato sul pavimento o fissato alla parete. Usando entrambi i fissaggi contemporaneamente si trasmettono vibrazioni sia dalla parete che dal pavimento.

Il tavolo di pesata deve essere stabile, in modo che l'indicazione del peso non vari se ci si appoggia o se si percorre la zona di lavoro.

## Area di lavoro



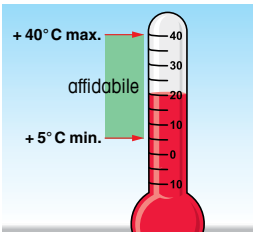
- Priva di vibrazioni
- Priva di correnti d'aria

Posizionare il tavolo di pesata in un angolo della stanza. Gli angoli sono infatti i punti degli edifici che meno risentono delle vibrazioni.

## Spazio libero

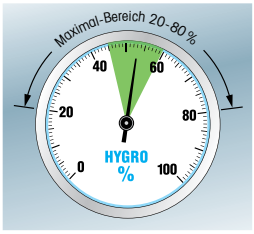
- Lasciare sufficiente spazio libero intorno allo strumento per evitare accumuli di calore e surriscaldamento (circa 1 m di spazio libero sopra l'analizzatore di umidità).
- Lasciare una distanza sufficiente dal materiale infiammabile.
- Lasciare spazio libero sufficiente da altri apparecchi di misurazione sensibili.

## Temperatura



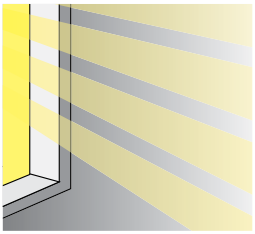

- La temperatura dell'ambiente deve essere mantenuta il più possibile costante perché i risultati della pesata sono influenzati questo parametro!
- Non posizionare l'analizzatore di umidità vicino a caloriferi e finestre (radiazione termica).

## Umidità dell'aria




- L'umidità relativa (% rU) è idealmente compresa tra il 45 e il 60 %.
  Il campo di misurazione tra il 20 e l'80 % rU non dovrebbe mai essere superato né in eccesso né in difetto.

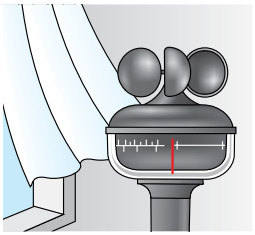
Alcuni campioni sono fortemente igroscopici, cioè assorbono l'umidità dall'aria circostante. Si consiglia di mantenere l'umidità relativa dell'aria il più possibile costante per ottenere una buona ripetibilità dei risultati.



## Luce

- Possibilmente posizionare l'analizzatore di umidità contro una parete priva di finestre. L'esposizione diretta ai raggi solari (calore) influenza il risultato della pesata.

Avvertenza: la cella di pesata si trova di fronte all'area dei campioni, che viene riscaldata intensamente dalla lampada alogena, ed è protetta contro il calore da un raffreddamento attivo. Invece, la cella di pesata non è protetta lateralmente dalla radiazione termica e quindi l'esposizione diretta ai raggi del sole può influenzare il risultato della pesata.



## Aria

- Posizionare l'analizzatore di umidità lontano dai getti d'aria dei condizionatori o degli strumenti con dispositivi di ventilazione come computer o grandi apparecchiature da laboratorio.
- Possibilmente posizionare l'analizzatore di umidità a debita distanza dai caloriferi. Oltre alle possibili derive termiche, anche le forti correnti d'aria possono causare interferenze.
- Non posizionare l'analizzatore di umidità vicino a una porta.
- Evitare i luoghi molto frequentati (corrente d'aria).
- Se possibile, tenere la finestra chiusa onde evitare correnti d'aria.

## 3.2.2. Messa in funzione

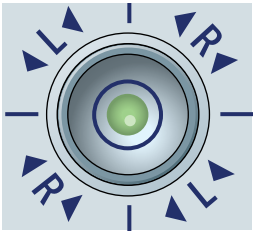
Gli analizzatori di umidità a lampada alogena sono strumenti di misurazione ad altissima precisione. Seguendo i suggerimenti qui riportati si potranno ottenere risultati affidabili.

### Accensione

- Non staccare l'analizzatore di umidità dalla rete elettrica, in questo modo nello strumento si creerà un equilibrio termico.
- Per spegnere lo strumento, premere il tasto On/Off. In questo modo l'analizzatore di umidità entra in standby e l'elettronica resta collegata alla corrente elettrica.

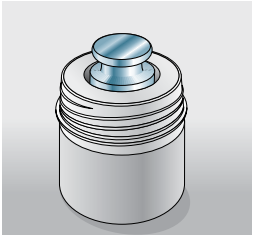
Suggerimento: dopo il primo collegamento alla rete elettrica si raccomanda un periodo di acclimatazione di almeno 30 minuti.

### Livellamento

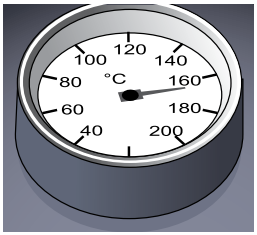



- Orientare l'analizzatore di umidità.
  Per il corretto orientamento, lo strumento dispone di piedini e di un controllo del livellamento (livella). Quando la livella si trova al centro, l'apparecchio è orizzontale.
- Verificare che l'apparecchio si trovi in posizione stabile.

### Regolazione



- Regolare sempre l'analizzatore di umidità soprattutto:
  - quando si mette in funzione per la prima volta,
  - dopo aver cambiato il luogo di installazione,
  - a seguito di forti variazioni della temperatura ambiente,
  - dopo il livellamento.




- Regolare l'apparecchio in condizioni di lavoro.
- La frequenza delle regolazioni dipende dai requisiti di qualità e dai rischi di sicurezza.

Avvertenza: regolare l'analizzatore di umidità dopo il periodo di acclimatazione solo quando è freddo (apparecchio e kit di regolazione della temperatura), per esempio al mattino, prima della misurazione iniziale. In questo modo si garantisce che l'apparecchio venga regolato sempre nelle stesse condizioni.

Suggerimento: utilizzare pesi e termometro con certificato di taratura. Solo in questo modo è possibile assicurarsi la tracciabilità degli strumenti di misura.

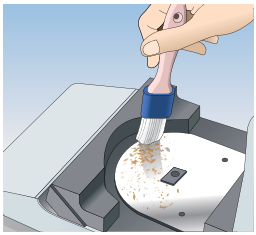
## IPac Moisture

I tecnici del servizio di assistenza di METTLER TOLEDO offrono supporto per l'installazione, la qualificazione e la configurazione ottimale degli strumenti con IPac Moisture. IPac Moisture include un certificato di taratura, la formazione dell'operatore, la determinazione dei test di routine e garantisce quindi un impiego immediato dell' analizzatore di umidità ed un funzionamento sicuro.

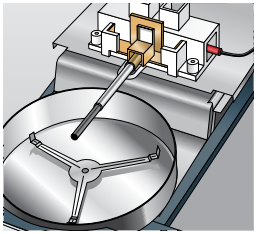
## 3.2.3. Funzionamento di routine

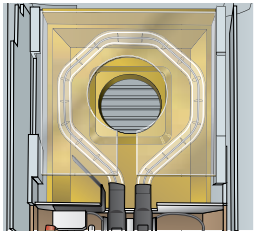
Per ottenere risultati di misurazione accurati, osservare le seguenti indicazioni relative alla pulizia, agli intervalli di taratura e alla manutenzione:

### Pulizia dell'analizzatore di umidità



- Mantenere pulito il piatto per campioni (per esempio con un pennello).
- Pulire il sensore di temperatura e il vetro di protezione del modulo riscaldante se sporchi (per maggiori dettagli vedere le istruzioni d'uso).
- Utilizzare un detergente delicato (ad esempio un detergente per vetri) per pulire lo strumento e il piatto per campioni.
- Sostituire il riflettore della lampada alogena se lo strato riflettente appare danneggiato.





### Intervalli di taratura e di manutenzione

- La taratura periodica (controllo) e l'eventuale regolazione del modulo riscaldante garantiscono una potenza di riscaldamento riproducibile per l'intera durata di vita dell'apparecchio. Inoltre, viene garantita la possibilità di confrontare i risultati con quelli di altri strumenti dello stesso tipo. Per questo si raccomanda di fissare intervalli regolari per testare la bilancia e il modulo riscaldante (a seconda dei rischi).
- Una manutenzione annuale eseguita dal servizio di assistenza METTLER TOLEDO garantisce qualità, misurazioni esatte e mantenimento dei valori dell'analizzatore di umidità a lampada alogena.

Suggerimento: l'analizzatore di umidità a lampada alogena HR83 consente di selezionare una temperatura di prova tra 50 °C e 180 °C. In questo modo è possibile verificare la potenza di riscaldamento ad una specifica temperatura di essiccamento (esempio 130 °C).

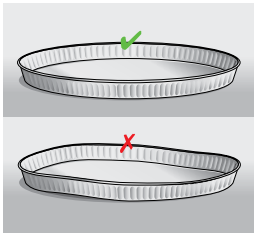
**www.mt.com/smartcal**

## 3.2.4. Trattamento del campione

### Avvertenze di sicurezza

- Alcuni campioni richiedono precauzioni particolari e possono essere pericolosi per le persone e per gli oggetti. Ciò vale per le sostanze infiammabili, esplosive, tossiche o corrosive o per campioni che emettono tali sostanze durante l'essiccamento o il riscaldamento.
- Non essiccare sostanze infiammabili o esplosive.
  In caso di dubbio, utilizzare piccole quantità di campione (max. 1 grammo) a temperature basse.
- Effettuare un'analisi dei rischi (per esempio pericolo di esplosione, infiammabilità, tossicità e corrosività del campione e dei gas liberati durante il riscaldamento).
- Eventualmente lavorare sotto una cappa aspirante (in questo caso effettuare la regolazione sotto la cappa).

Attenzione: la temperatura superficiale della lampada è superiore alla temperatura di misurazione. I vapori infiammabili potrebbero raggiungerla ed prendere fuoco.
Avvertenza: si noti che in qualsiasi caso l'operatore è l'unico responsabile per danni derivanti dall'impiego di suddette tipologie di campione.



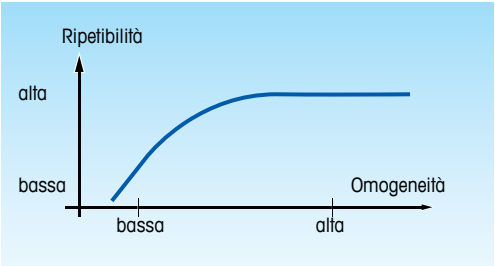
### Piatti per campioni

- Per la determinazione dell'umidità utilizzare esclusivamente piatti per campioni puliti.
- Non utilizzare piatti per campioni deformati.

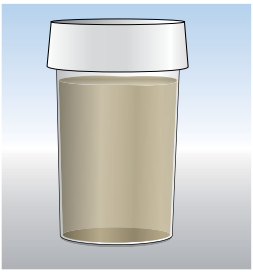
Suggerimento: l'utilizzo del piatto per campioni in alluminio usa e getta garantisce una misurazione affidabile senza rischio di contaminazione dei residui di campioni precedenti o di detergenti. Questi piatti per campioni in alluminio sono disponibili anche in versione rinforzata, ideale per campioni che si ritirano durante l'essiccamento e che possono quindi deformare il piatto. Smaltire i piatti utilizzati in modo appropriato.

## Prelievo del campione

Il prelievo del campione influisce fortemente sulla riproducibilità dei risultati di misurazione:

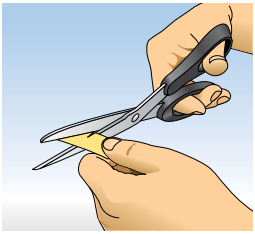



- Deve essere rappresentativo dell'intera quantità
- Assicurarsi che sia omogeneo (mescolare bene), per esempio mescolare e girare prima l'intera quantità ecc.
- Prelevare una quantità sufficiente di campione
- Assicurarsi che non si verifichi alcuna perdita o assorbimento di umidità durante il prelievo del campione (eseguire il più rapidamente possibile)
- Se non si procede immediatamente alla misurazione: conservare in un contenitore ermetico privo di aria (completamente riempito)



## Preparazione del campione

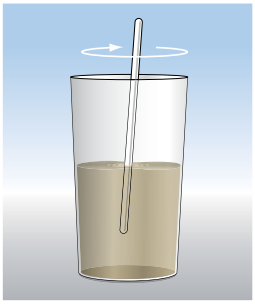
Anche la corretta preparazione del campione dopo la sua acquisizione è fondamentale per ottenere risultati ripetibili e affidabili.



- Assicurarsi che la granulazione (dimensione delle particelle) sia uniforme.
- Se necessario, ampliare la superficie del campione spezzettandolo: ciò consente un rilascio più rapido dell'umidità durante l'essiccamento (diffusione più rapida dell'umidità sulla superficie).
- Il campione non deve riscaldarsi, perchè questo provoca la dispersione di umidità già in fase di preparazione.

Lo sminuzzamento meccanico può essere effettuato per esempio con un mortaio, con un macinino (raffreddato con acqua) o con una lama semplice.

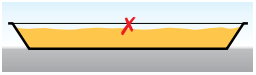
Suggerimento: un ampliamento della superficie e quindi un essiccamento più rapido dei liquidi è possibile utilizzando il nostro filtro in fibra di vetro.



## Distribuzione del campione

Una distribuzione uniforme garantisce un'irradiazione omogenea nello strumento di misurazione, così l'umidità potrà uscire uniformemente dal campione. Ciò garantisce una migliore riproducibilità dei risultati di misurazione.

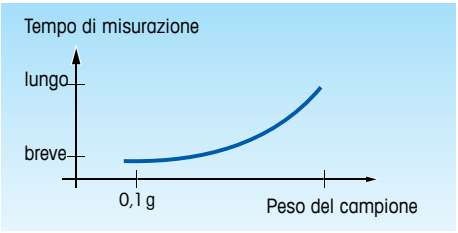
- Mescolare ancora accuratamente la quantità parziale prima di distribuirla sul piatto per campioni.
- Utilizzare sempre la stessa quantità di campione per un'elevata ripetibilità

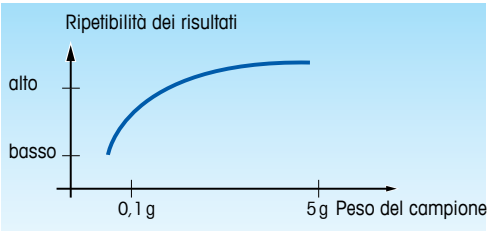


- Utilizzare la corretta quantità di campione. Il piatto dovrebbe essere ricoperto da un sottile strato uniforme di campione su tutta la superficie.

- Distribuire uniformemente il campione sul piatto (senza cumuli).

Effetto del peso del campione sulla ripetibilità e sulla durata della misurazione:




Un campione di peso troppo grande è soggetto all'evaporazione di maggiore quantità di acqua, prolungando la durata del processo di determinazione dell'umidità. Inoltre, una quantità eccessiva di campione causa una distribuzione non uniforme del calore e quindi risultati meno precisi. Tuttavia, la ripetibilità (deviazione standard maggiore) si abbassa anche quando il peso del campione si riduce:

| | |
|---|---|
| Deviazione standard con campione da 2 g[1]: | 0,05% |
| Deviazione standard con campione da 10 g[1]: | 0,01% |

[1]Prelevando un campione ideale, la cui umidità può essere separata sempre completamentee senza decomposizione (ad esempio sabbia umida). Le deviazioni dipendono sempre dall'incertezza relativa alla sostanza e dalla ripetibilità garantita dallo strumento (in questo caso HR83). In pratica, le differenze tra i valori di una serie di misurazioni (in caso di campione non ideale) possono essere superiori rispetto ai valori indicati nella tabella.

## 3.3. Metodi e campioni speciali

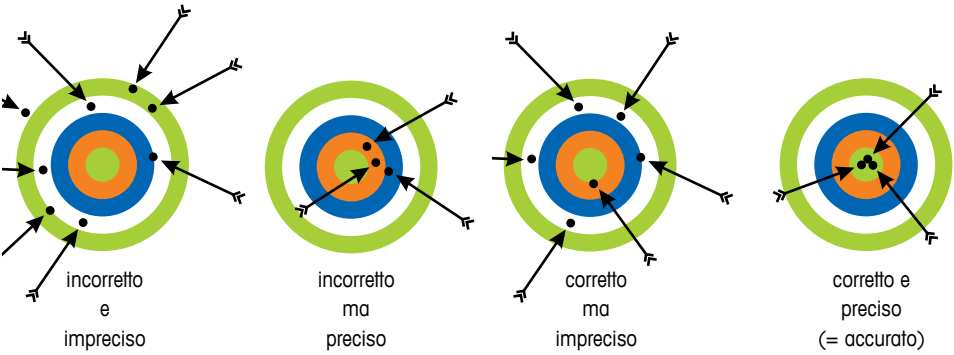
L'analizzatore di umidità a lampada alogena è uno strumento di misurazione di facile utilizzo che consente di determinare il contenuto di umidità dei campioni in modo rapido e semplice. Spesso le sostanze sono soggette a disposizioni di legge, normative di settore o procedure interne all'azienda che stabiliscono i metodi di determinazione del contenuto di umidità. Come processo di riferimento si applica principalmente il metodo dell'essiccatoio ad armadio oppure la titolazione Karl Fischer.

In tal caso, si intendono ottenere con l'analizzatore di umidità a lampada alogena gli stessi risultati del processo di riferimento (oppure si vuole che la deviazione dal valore di riferimento sia nota e riproducibile). A tale scopo si devono adeguare i parametri di impostazione come temperatura di essiccamento, programma di essiccamento (vedere 3.1 "Principio di misurazione"), peso del campione e trattamento del campione. Si tratta del cosiddetto sviluppo del metodo, ove i suddetti parametri descrivono un metodo. Il metodo dipende dal tipo di sostanza. Tuttavia è possibile che uno stesso metodo possa essere applicato a più sostanze.

Il paragrafo seguente descrive come effettuare lo sviluppo del metodo. Inoltre si forniscono informazioni su come trattare campioni speciali per ottenere risultati di misurazione precisi.

Tuttavia, è possibile non ricorrere ad alcun metodo di riferimento e quindi non disporre di alcun valore di riferimento. L'obiettivo dello sviluppo dei metodi è proprio quello di individuare i parametri che consentono di ottenere risultati di misurazione ripetibili, che permettano di valutare la qualità del campione.

È possibile ottimizzare le misurazioni da tre punti di vista: correttezza, ripetibilità e rapidità. Il grafico esemplifica i concetti di correttezza, accuratezza e precisione.




### 3.3.1. Sviluppo del metodo

- Osservare i presupposti fondamentali descritti al paragrafo 3.2 "Installazione".
- Inoltre si raccomanda di eseguire lo sviluppo del metodo in breve tempo. In questo modo si evita che nel frattempo il campione subisca variazioni, influenzando così il risultato della misurazione.
- Sviluppare il metodo se possibile in condizioni di lavoro, sul luogo di installazione dell'analizzatore di umidità.
- Attenersi al metodo di riferimento (in genere forno di essiccamento) per quanto riguarda il prelievo e la preparazione del campione.
- Rispettare il trattamento del campione (vedere par. 3.2.4 "Trattamento del campione").

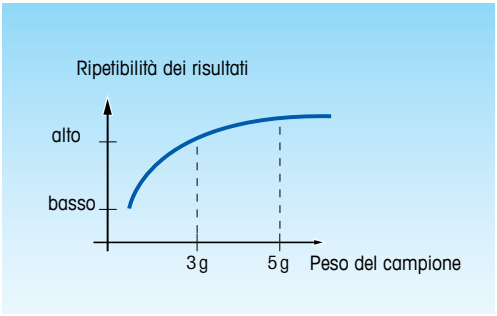
### 1. Prima misurazione: raggiungimento del valore di riferimento

Scegliere tra i metodi disponibili sviluppati specificamente per l'analizzatore di umidità di METTLER TOLEDO. Questi offrono punti di riferimento per impostare adeguatamente la prima misurazione.

- Forse si conosce già un metodo per un campione simile.
- Consultare la banca dati delle applicazioni di METTLER TOLEDO, dove si possono trovare numerosi metodi già esistenti.

**www.mt.com/moisture-methods**

Se si trova un campione simile, applicare i parametri del metodo individuato per effettuare la prima misurazione sulla sostanza in questione. Nel caso in cui non si individuino metodi simili, applicare le seguenti impostazioni di base:

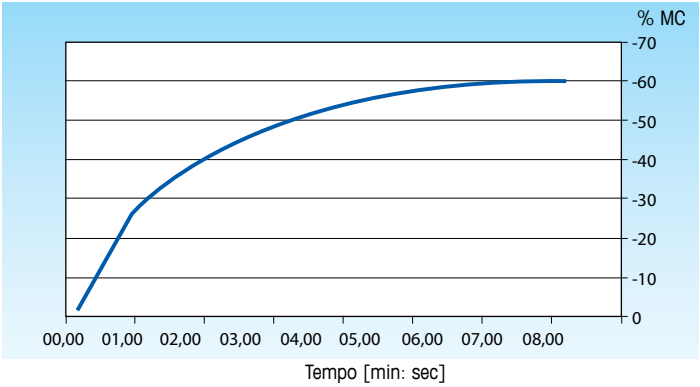



- Essiccamento standard
- Temperatura:
  1) temperatura del metodo con essiccatoio ad armadio
  2) nel caso in cui non sia disponibile il metodo con essiccatoio ad armadio: campione organico (sensibile alla temperatura): 105°C, campione inorganico (insensibile alla temperatura): 150°C
- Criterio di spegnimento 3 (1 mg/50 s)
- Campione da 3-5 g (distribuito uniformemente sul piatto per campioni)

Eseguire la prima misurazione e annotarne lo svolgimento.

Suggerimento: osservare le indicazioni valide per campioni speciali, come ad esempio campioni liquidi, al paragrafo 3.3.2 "Campioni speciali" e le avvertenze di sicurezza al paragrafo 3.2.4 "Trattamento dei campioni".

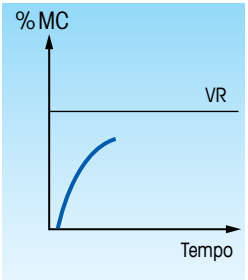
Suggerimento: invece di annotare i risultati su una tabella per elaborare la curva di essiccamento, è possibile trasmettere più semplicemente al PC i valori relativi all'umidità con un software come ad esempio LabX direct moisture. I dati vengono rappresentati immediatamente sotto forma di curva di essiccamento.



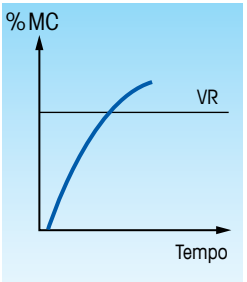
## 2. Analisi del processo di essiccamento

- Osservare il campione e valutare: una colorazione intensa o la fusione indicano che la temperatura scelta è troppo elevata.
- Rilevare il risultato e osservare la curva di essiccamento per valutare l'andamento dell'essiccamento.

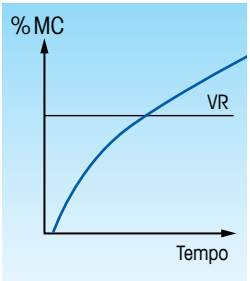
VR = valore di riferimento



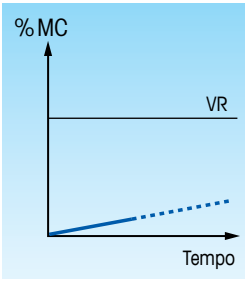

Il valore di riferimento non viene raggiunto:
aumentare la temperatura.



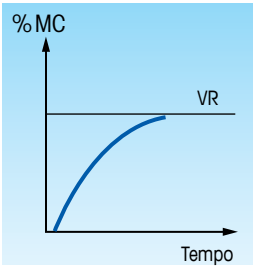

Il valore di riferimento viene superato: abbassare la temperatura.




L'analizzatore di umidità non si spegne. Il criterio di spegnimento non è soddisfatto, in quanto si verificano reazioni di decomposizione: abbassare la temperatura.



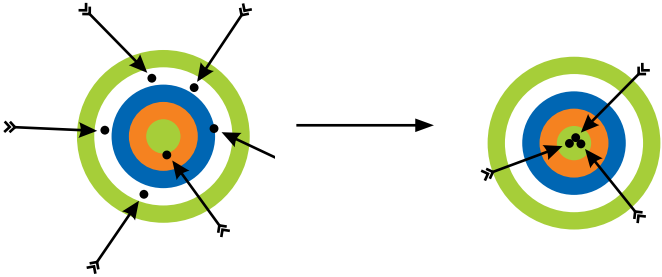

Il criterio di spegnimento non è soddisfatto. La misurazione è stata interrotta in quanto l'umidità non evapora, oppure ne evapora poca e molto lentamente: aumentare la temperatura.



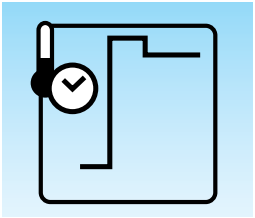

Regolare la temperatura fino a raggiungere il valore di riferimento (correttezza).

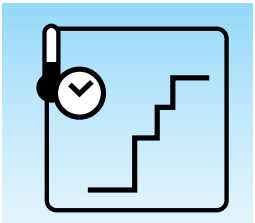
Verificare quindi la ripetibilità eseguendo ad esempio tre misurazioni e calcolando il valore medio e la deviazione standard.

## 3. Ottimizzazione della precisione



- Aumentare la quantità, in particolare in caso di campioni con scarsa umidità.
- Ottimizzare l'acquisizione e la preparazione del campione, prestare particolare attenzione all'omogeneità e alla distribuzione uniforme del campione.
- Impostare il criterio di spegnimento più adeguato (1mg/90 s) oppure 5 (1mg/140s)





## 4. Ottimizzazione della velocità

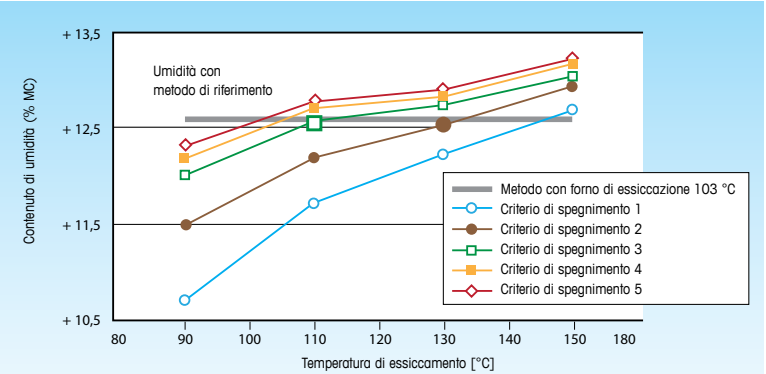
Attenendosi alle seguenti indicazioni è possibile ottenere più rapidamente i risultati di misurazione.
Tuttavia, i suddetti fattori possono influire anche sulla precisione dei risultati.

- Ridurre il peso del campione.
- Ampliare la superficie del campione.
- Utilizzare l'essiccamento rapido se il contenuto di umidità è superiore al 30%.
- L'essiccamento progressivo con HR83 può essere impiegato nello stesso modo dell'essiccamento rapido, ma offre il vantaggio di poter scegliere qualsivoglia temperatura e durata dell'aumento.

## Test di misurazione

I modelli top di gamma HG63 e HR83 dispongono delle funzioni di misurazione di prova e AutoMet (solo HR83). Queste funzioni aiutano nella ricerca del

criterio di spegnimento appropriato. Selezionare la temperatura e la quantità di campione da essiccare ed eseguire la misurazione di prova. Il protocollo stampato indica quando e con quale risultato di misurazione è stato soddisfatto ogni criterio di spegnimento. Se si esegue il test di misurazione a diverse temperature, è possibile determinare un criterio di spegnimento appropriato per una determinata temperatura, con il quale si ottiene il valore di riferimento (vedere grafico).




In questo caso sono state eseguite misurazioni di prova con farina bianca a 4 diverse temperature e sono stati riportati i risultati dei criteri di spegnimento rispetto alla temperatura di essiccamento. Si deve raggiungere il valore di riferimento che risulta dalla determinazione con ilforno di essiccazione a 103°C. Si deduce facilmente che 90°C è una temperatura troppo bassa e 150° è una temperatura troppo alta. Le intersezioni tra le cinque curve e la linea di riferimento indicano le possibili impostazioni della combinazione tra temperatura e criterio di spegnimento. Possibili impostazioni sono per esempio 110°C con criterio di spegnimento 3 oppure 130°C con criterio di spegnimento 2. Generalmente, i criteri di spegnimento 3 e 4 offrono risultati con buona riproducibilità, il criterio di spegnimento 2 dovrebbe essere utilizzato solo quando il fattore tempo assume maggiore importanza rispetto alla ripetibilità.

## Misurazione di prova AutoMet (solo HR83)

La misurazione di prova AutoMet è un'evoluzione della misurazione di prova. Con il tasto "Target" si inserisce il valore di riferimento e lo strumento comunica automaticamente il criterio di spegnimento adatto alla temperatura selezionata, dove il valore di misurazione corrisponde nel modo più preciso possibile al valore di riferimento. Si tratta del criterio di spegnimento libero "F". Il test di misurazione AutoMet propone il criterio di spegnimento "F" solo se il processo di essiccamento consente di effettuare una precisa determinazione dell'umidità, pertanto l'intervallo per il criterio di spegnimento F è compreso tra 1mg/20 secondi e 1mg/180 secondi.

Suggerimento: poichè i processi di essiccamento possono essere leggermente diversi anche alla stessa temperatura (distribuzione del campione, peso del campione) per lo sviluppo dei metodi si suggerisce di ripetere la misurazione di prova AutoMet. Il valore medio delle diverse misurazioni potrà essere quindi memorizzato come criterio si spegnimento F specifico per ogni metodo.

Avvertenza: se si raggiunge il valore prestabilito, ma il criterio di spegnimento non è compreso nell'intervallo 1mg/20-180 secondi, significa che la temperatura non è stata scelta in maniera ottimale. Se "F" è inferiore a 1mg/20 secondi, si suggerisce di ridurre la temperatura. Se "F" è superiore a 1mg/180 secondi, è possibile scegliere il criterio di spegnimento 5 che consente un buon avvicinamento, oppure può essere utile aumentare la temperatura di essiccamento. Se non si ottiene il valore di riferimento, un aumento della temperatura di essiccamento può consentire di ottenere il risultato desiderato.

## 3.3.2. Campioni speciali

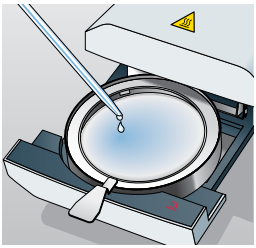
Alcuni campioni richiedono un procedimento speciale per poter eseguire una determinazione dell'umidità rapida e corretta. Forniamo alcune indicazione su come trattare questi campioni al fine di ottimizzare la determinazione dell'umidità.

### Campioni di consistenza pastosa, fondenti e contenenti grassi

- Utilizzare il filtro in fibra di vetro per ampliare la superficie del campione.
- Calcolare la tara del filtro insieme al piatto per campioni e distribuire il campione.

Il liquido contenuto nella sostanza viene distribuito attraverso i capillari del filtro in modo uniforme su tutta la superficie del filtro. In questo modo, la superficie del campione viene ampliata e l'umidità potrà liberarsi in modo più semplice, veloce e completo.

### Campioni liquidi e molto umidi



- Utilizzare il filtro in fibra di vetro.
- Calcolare la tara del filtro insieme al piatto per campioni e distribuire il campione.
- Per i campioni con contenuto di umidità molto elevato (> 30%) è ideale l'essiccamento rapido. La temperatura di riferimento viene superata del 40% per 3 minuti per accelerare il processo di misurazione.
- In alternativa all'essiccamento rapido è possibile utilizzare anche l'essiccamento progressivo (solo HR83). Questo consente di selezionare liberamente la durata dell'aumento della temperatura e il valore della temperatura.

I campioni liquidi formano goccioline sul piatto per campioni a causa della tensione superficiale. Ciò impedisce un rapido processo di essiccamento, perchè l'evaporazione avviene solo su una ristretta superficie del liquido. Grazie al filtro in fibra di vetro, il campione viene distribuito su una superficie più estesa. Ciò consente spesso di ridurre di oltre la metà il tempo di misurazione e di ottenere una ripetibilità maggiore.

**MC<1%**

## Campioni con contenuto di umidità molto basso

- Utilizzare una quantità di campione sufficientemente grande (ad esempio 20-30 g).
- Se l'umidità si libera molto lentamente applicare il criterio di spegnimento 5 (1mg/140 s).
- Utilizzare una risoluzione elevata (0,1 mg) (solo HR83)
- Applicare la temperatura di standby (solo HR83).
- Preriscaldare il piatto per campioni per 1 minuto alla temperatura di standby e calcolare la tara solo successivamente. Ciò consente di aumentare la ripetibilità dei risultati.

## Sostanze sensibili alla temperatura o che formano una pellicola sulla superficie.

- Selezionare il programma di essiccamento delicato.
- Utilizzare il filtro in fibra di vetro (calcolare la tara del filtro insieme al piatto per campioni e coprire il campione dall'alto con il filtro).

Il campione da essiccare viene coperto con il filtro in fibra di vetro e quindi protetto dai raggi infrarossi allo scopo di impedire la combustione. Si ottiene così un riscaldamento delicato del campione. L'impiego dell'essiccamento delicato (riscaldamento lento fino alla temperatura di riferimento) rafforza questo effetto. Si suggerisce questo tipo di processo anche per sostanze che formano pellicole o croste, in quanto la pellicola o la crosta impediscono l'evaporazione dell'umidità. Coprendo il campione con il filtro in fibra di vetro e ricorrendo all'essiccamento delicato, si previene la formazione di crosta.

## Campioni zuccherini

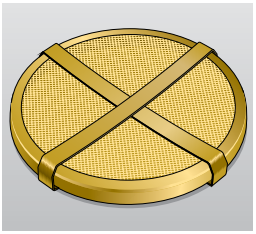
- Selezionare una temperatura moderata, molti campioni ad alto contenuto di zucchero caramellizzano (a partire da circa 110°C) sulla superficie, impedendo così il rilascio di umidità.
- Applicare l'essiccamento delicato.
- Distribuire uno strato sottile di campione.

## Campioni con componenti volatili

- Lavorare con l'avviamento manuale.
- Eventualmente ricorrere all'essiccamento delicato.
- Se i vapori sono tossici, eseguire un'analisi dei rischi e lavorare sotto una cappa di aspirazione.
- Se i campioni o i vapori sono leggermente infiammabili, eseguire un'analisi dei rischi ed eventualmente evitare l'essiccamento con l'analizzatore di umidità a lampada alogena.
- Uniformare la preparazione del campione (il tempo di pesata iniziale fino all'avvio della misurazione deve essere sempre lo stesso) per aumentare la ripetibilità.

I campioni volatili contenenti solventi (attenersi alle avvertenze di sicurezza, vedere il paragrafo 3.2.4 "Trattamento dei campioni"), possono perdere peso già prima di avviare l'essiccamento, compromettendo il risultato. Per questo il campione dovrebbe essere preparato sempre alla stessa velocità, in modo che la deviazione dovuta alla preparazione del campione possa rimanere più bassa possibile.

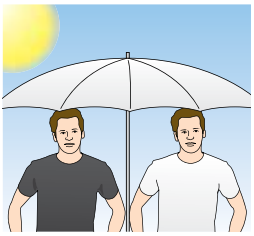
Inoltre, il riscaldamento rapido, e quindi un'evaporazione veloce del campione, possono causare la formazione di condensa sotto al piatto per campioni. Con l'avviamento manuale o l'essiccamento delicato è possibile ridurre l'elevata condensazione di vapori volatili.



## Campioni voluminosi o che si gonfiano

- Utilizzare il piatto per campioni tessili voluminosi (HA-CAGE).

I campioni che si gonfiano o voluminosi, come materiale tessile, possono determinare risultati errati qualora urtino le parti circostanti dell'analizzatore di umidità a lampada alogena. Per essiccare questo tipo di campioni si suggerisce di utilizzare la gabbia per campioni.



## Campioni di colore non uniforme

- Coprire il campione con il filtro in fibra di vetro.

A seconda delle diverse proprietà di assorbimento, il campione si riscalda in modo non uniforme. Il filtro in fibra di vetro garantisce un riscaldamento uniforme.

## Granulato di materiale plastico

- Risoluzione elevata (0,1 mg, solo HR83)
- Temperatura di standby (100 °C)
- Essiccamento progressivo (1a fase: 5 min, 2a fase: 0 min)
- Criterio di spegnimento 5
- Peso iniziale 30 g
- Riscaldare il piatto per campioni di alluminio per 1 minuto alla temperatura di standby, quindi pesare la tara.

Le lavorazioni del granulato plastico (ad esempio lo stampaggio a iniezione) richiedono in genere un contenuto di umidità molto basso (ad esempio 0,1%). Pertanto è necessario un peso iniziale di almeno 30 g per ottenere una buona ripetibilità. L'essiccamento progressivo viene utilizzato perchè la plastica perde umidità molto lentamente. Durante i 5 minuti della prima fase, il campione

viene scaldato senza l'attivazione del criterio di spegnimento. La seconda fase non è necessaria ed è infatti impostata su 0 minuti. Il criterio di spegnimento viene attivato solo dopo queste due prime fasi. Grazie all'essiccamento progressivo si evita l'interruzione prematura della misurazione.

## 3.4. Validazione di un metodo

Nel caso in cui si debba dimostrare che l'analizzatore di umidità a lampada alogena dà gli stessi risultati del metodo di riferimento, le seguenti indicazioni possono rivelarsi utili. L'esempio dell'etilcellulosa offre un possibile metodo di riferimento. A seconda del settore, i requisiti di validazione possono essere diversi.

1.) Si esegue uno sviluppo dei metodi e si individuano i parametri con cui si può misurare il corretto contenuto di umidità del campione. Ciò significa che si ottengono risultati corretti, ma anche precisi, in relazione al metodo di riferimento (in questo caso: essiccatoio ad armadio)

| | Metodo con forno di essiccazione a norma USP/Ph. Eur | Analizzatori di umidità alogeni HR83 |
|---|---|---|
| Peso del campione | 1g | 1g |
| Temperatura | 105°C | 105°C |
| Programma di essiccamento | - | Standard |
| Criterio di spegnimento | - | 5 |
| Contenuto di umidità | | |
| (Valore medio, n = 6) | 1,68% | 1,68% |
| Deviazione standard | 0,01% | 0,03% |

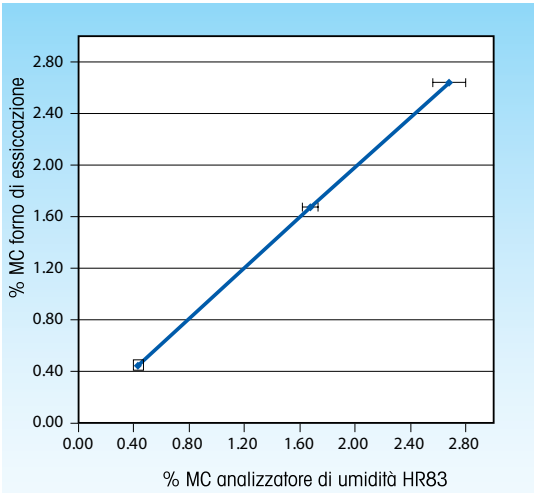
2.) Ora verificare la linearità per un determinato intervallo.

Si desidera dimostrare che l›analizzatore di umidità a lampada alogena dà gli stessi valori del metodo di riferimento, anche se la sostanza ha un contenuto di umidità diverso rispetto a quello usato per lo sviluppo del metodo.

A questo scopo condizionare per esempio due ulteriori contenuti di umidità del campione. In questo esempio, essiccare l›etilcellulosa ad un contenuto di umidità dello 0,4% e umidificare fino ad un contenuto di umidità del 2,6%.

Ora misurare il contenuto di umidità di entrambi i campioni condizionati, sia con il metodo di riferimento che con il metodo sviluppato per l›analizzatore di umidità a lampada alogena. Determinare i valori medi e le deviazioni standard dei risultati di entrambi i processi e valutare se i risultati rientrano nelle tolleranze prefissate. Si può elaborare un grafico come quello sottostante.

Il grafico di validazione mostra chiaramente che i risultati della misurazione di umidità con l'HR83 corrispondono perfettamente ai valori ottenuti con il forno di essiccamento. Tuttavia, i risultati si ottengono ad una velocità 10 volte superiore.



### 3.5. Esempi di applicazioni

La tabella (spiegazioni alla pagina seguente) mostra i metodi selezionati per alcuni tipici settori di applicazione dell'analizzatore di umidità come l'industria farmaceutica, alimentare e della trasformazione di materie plastiche. Ulteriori metodi sviluppati da METTLER TOLEDO sono disponibili nella banca dati delle applicazioni su Internet:

**www.mt.com/moisture-methods**

## Riferimento

| | Metodo di riferimento | Preparazione del campione | Esecuzione | Peso del campione [g] | Temperatura [°C] | Valore medio [% umidità] | Deviazione standard | Tempo di misurazione [min] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Farma** | | | | | | | | |
| Etilcellulosa | TS | 8 | a | 1 | 105 | 1,68 | 0,01 | 120 |
| Amido di mais | TS | 8 | b | 1 | 130 | 11,47 | 0,05 | 90 |
| Gelatina | TS | 8 | b | 1 | 105 | 11,57 | 0,03 | 120 |
| Gelatina (versione rapida) | TS | 8 | b | 1 | 105 | 11,57 | 0,03 | 120 |
| **Alimenti** | | | | | | | | |
| Succo di mela | TS | 9 | a | 10 | 103 | 88,94 | 0,05 | 180 |
| Burro | TS | 10 | a | 2 | 102 | 15,13 | 0,07 | 240 |
| Carne bovina | TS | 11 | a | 5 | 102 | 74,95 | 0,02 | 240 |
| Riso | TS | 12 | a | 5 | 131 | 11,29 | 0,10 | 90 |
| Cacao in polvere | TS | 13 | a | 5 | 102 | 3,02 | 0,01 | 240 |
| Patate fritte | TS | 14 | a | 5 | 102 | 1,03 | 0,01 | 240 |
| Formaggio quark magro | TS | 15 | a | 2,5 | 102 | 84,17 | 0,22 | 240 |
| **Materie plastiche** | | | | | | | | |
| PA66 | KF | 16 | c | 1 | 190 | 0,2024 | 0,007 | 40 |
| PET | KF | 16 | c | 2 | 180 | 0,0501 | 0,001 | 40 |
| ABS | KF | 16 | c | 1 | 170 | 0,2416 | 0,001 | 40 |

TS: Essiccatoio ad armadio KF: Titolazione Karl Fischer coulometrica

Verificare che le informazioni elencate siano adeguate allo scopo previsto. METTLER TOLEDO declina qualsiasi responsabilità per quanto concerne l'impiego degli esempi applicativi forniti. Pertanto la stessa non si assume alcuna responsabilità per l'applicazione del metodo. Osservare le avvertenze di sicurezza e di pericolo.

## Analizzatore di umidità a lampada alogena

| Analizzatore di umidità a lampada alogena | Preparazione del campione | Peso del campione [g] | Programma di essiccamento | Temperatura [°C] | Criterio di spegnimento | Valore medio [% umidità] | Deviazione standard | Tempo di misurazione [min] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| HR83 | 1 | 1 | STD | 105 | 5 | 1,68 | 0,03 | 6 |
| HR83 | 1 | 3 | STD | 130 | 5 | 11,81 | 0,05 | 8 |
| HR83 | 1 | 4 | STD | 105 | 5 | 11,37 | 0,06 | 30 |
| HR83 | 1 | 4 | R | 130 | 3 | 11,63 | 0,07 | 8 |
| HB43-S | 2 | 2 | R | 130 | 3 | 88,86 | 0,05 | 5 |
| HB43-S | 3 | 3 | STD | 110 | 3 | 15,11 | 0,09 | 5 |
| HB43-S | 4 | 3 | STD | 150 | 3 | 75,04 | 0,10 | 15 |
| HB43-S | 5 | 5 | STD | 150 | 3 | 11,34 | 0,08 | 15 |
| HB43-S | 1 | 1 | STD | 100 | 3 | 3,05 | 0,06 | 4 |
| HB43-S | 6 | 5 | STD | 135 | 3 | 1,06 | 0,03 | 6 |
| HB43-S | 1 | 2,5 | R | 130 | 3 | 84,17 | 0,05 | 15 |
| HR83 | 7 | 30 | ST | 160 | 5 | 0,204 | 0,002 | 20 |
| HR83 | 7 | 30 | ST | 160 | 5 | 0,048 | 0,002 | 9 |
| HR83 | 7 | 30 | ST | 130 | 5 | 0,243 | 0,003 | 19 |

R: essiccamento rapido STD: essiccamento standard ST: essiccamento progressivo

## Spiegazioni della tabella precedente.

| | | |
|---|---|---|
| **Preparazione campioni analizzatore di umidità** | **1** | Mescolare il campione e distribuirlo uniformemente sul piatto. |
| | **2** | Mescolare il campione, distribuirlo uniformemente con la pipetta sul filtro in fibra di vetro. |
| | **3** | Lasciare riscaldare il campione a temperatura ambiente, stendere uniformemente sul piatto per campioni. |
| | **4** | Omogeneizzare il campione, mescolarlo e distribuirlo uniformemente su un filtro in fibra di vetro, coprire con un secondo filtro e premere leggermente. |
| | **5** | Macinare e mescolare il campione, distribuirlo uniformemente sul piatto per campioni. |
| | **6** | Sminuzzare il campione nel mortaio, distribuire uniformemente con una spatola sul piatto per campioni. |
| | **7** | Mescolare il campione e distribuirlo uniformemente sul piatto per campioni. Essiccamento progressivo: 5 min a temperatura di essiccamento, 0 min a temperatura di essiccamento, temperatura finale (temperatura di essiccamento). |
| **Preparazione dei campioni metodo di riferimento** | **8** | Pesare il vetro di pesata (asciugato per 1 ora a temperatura di forno e raffreddato). Distribuire uniformemente il campione sul vetro, quindi inserire nel forno di essiccamento. |
| | **9** | Essiccare il piatto metallico (ca. 8 cm) con 10 g di sabbia, asta di vetro e coperchio nell'essiccatoio ad armadio (103°C, 30 min), lasciare raffreddare nell'essiccatore, pesare. Mescolare il campione, distribuirlo con la pipetta, pesare, miscelare con la sabbia, lasciar evaporare per 30 min a bagnomaria. |

**10** Essiccare il piatto metallico (ca. 5 cm) con il coperchio nell'essiccatoio ad armadio (102°C, 1 h), lasciare raffreddare nell'essiccatore, pesare. Lasciare riscaldare il campione a temperatura ambiente, mescolare, aggiungere, pesare.

**11** Essiccare il recipiente di pesata con 20 g di sabbia, asta di vetro e coperchio nell'essiccatoio ad armadio (102°C, 1 h), lasciare raffreddare nell'essiccatore, pesare. Omogeneizzare il campione, mescolare, aggiungere, mescolare con la sabbia.

**12** Essiccare il recipiente di pesata con il coperchio nell'essiccatoio ad armadio (131°C, 1 h), lasciare raffreddare nell'essiccatore, pesare. Macinare il campione, mescolare, aggiungere, pesare.

**13** Essiccare il recipiente di pesata con il coperchio nell'essiccatoio ad armadio (103°C, 1 h), lasciare raffreddare nell'essiccatore, pesare. Mescolare il campione, aggiungere, pesare.

**14** Essiccare il recipiente di pesata con il coperchio nell'essiccatoio ad armadio (102°C, 1 h), lasciare raffreddare nell'essiccatore, pesare. Tritare il campione nel mortaio, mescolare, aggiungere, pesare.

**15** Essiccare il recipiente di pesata con 10 g di sabbia, asta di vetro e coperchio nell'essiccatoio ad armadio (102°C, 1 h), lasciare raffreddare nell'essiccatore, pesare. Mescolare il campione, aggiungere, pesare, macinare con la sabbia.

**16** Pre-essiccare il bicchiere per campioni nell'essiccatoio ad armadio (100°C, 1 h), lasciare raffreddare nell'essiccatore, pesare (pesare la tara). Aggiungere il campione e chiudere il bicchiere per campioni.

---

**Esecuzione**

- **a** Essiccare il campione in forno per il tempo indicato, poi raffreddare il bicchiere di pesata nell'essiccatore a temperatura ambiente e pesare.
- **b** Essiccare il campione in forno per il tempo indicato, lasciar raffreddare nell'essiccatore, pesare. Ripeter il procedimento fino a raggiungere la costanza della massa.
- **c** L'acqua del campione viene espulsa in un forno alla temperatura indicata e trasportata con un flusso d'azoto nella cella di titolazione.

# 4. Confronto fra metodi di misurazione tipici per la determinazione dell'umidità

Per determinare il contenuto di umidità sono stati sviluppati diversi processi di misurazione. La seguente tabella presenta una gamma di tecniche di misurazioni tipiche e descrive i vantaggi e gli svantaggi.

| | **Forno di essiccazione*** | **Essiccamento a infrarossi** | **Essiccamento alogeno*** | **Essiccamento a microonde** |
|---|---|---|---|---|
| **Processo** | Termogravimetria | Termogravimetria | Termogravimetria | Termogravimetria |
| **Principio di misurazione** | Riscaldamento del campione mediante convezione. Determinazione del peso prima e dopo l'essiccamento. | Riscaldamento tramite assorbimento di radiazione infrarossa di un irradiatore metallico. Determinazione costante del peso durante l'essiccamento. | Riscaldamento tramite assorbimento di radiazione infrarossa di una lampada alogena. Determinazione costante del peso durante l'essiccamento. | Riscaldamento mediante assorbimento di microonde. Determinazione del peso prima e dopo l'essiccamento. |
| **Vantaggi** | • Spesso usato come metodo di riferimento<br>• Distribuzione uniforme del calore sul campione<br>• È possibile determinare contemporaneamente più campioni<br>• Possibilità di grandi quantità di campione | • Tempo di misurazione breve (tipicamente 5 -15 min)<br>• Possibilità di grandi quantità di campione<br>• Facile manipolazione<br>• Strumento compatto | • Buona regolazione della temperatura<br>• Distribuzione uniforme del calore sul campione<br>• Eccezionale avviamento a freddo/caldo<br>• Misurazione rapida (tipicamente 3 -10 min)<br>• Possibilità di grandi quantità di campione<br>• Facile manipolazione<br>• Strumento compatto | • Molto rapido (tipicamente 2 – 5 min)<br>• Possibilità di grandi quantità di campione |
| **Svantaggi** | • Tempo di determinazione molto lungo (ore)<br>• Altre sostanze oltre all'acqua possono evaporare<br>• Soggetto a errori in quanto complesso da gestire | • Altre sostanze oltre all'acqua possono evaporare<br>• Cattiva regolabilità | • Altre sostanze oltre all'acqua possono evaporare | • Non adatto a sostanze con scarsa umidità<br>• Controllo moderato della temperatura<br>• Altre sostanze oltre all'acqua possono evaporare |

| **Titolazione Karl Fischer*** | **Idrossido di calcio** | **Spettroscopia a microonde** | **Spettroscopia a infrarossi** | **Rifrattometria*** |
|---|---|---|---|---|
| Chimica | Chimica | Spettroscopia | Spettroscopia | Ottica |
| Lo iodio viene titolato e utilizzato in presenza di acqua. Il consumo di iodio è proporzionale al contenuto di acqua nel campione. | In presenza di acqua viene liberato idrogeno. La quantità di idrogeno è proporzionale alla quantità di acqua e può essere misurata come variazione di pressione oppure mediante un elettrodo ad idrogeno. | Misurazione dell'assorbimento/riflessione di una radiazione a microonde | Misurazione dell'assorbimento/ riflessione di una radiazione infrarossa | Misurazione dell'indice di rifrazione |
| • Processo di riferimento<br>• Per la determinazione selettiva dell'acqua<br>• ideale per umidità estremamente basse | • Per la determinazione selettiva dell'acqua<br>• Discretamente rapido (15 – 30 min) | • Tempo di misurazione molto breve (inferiore a 1 min)<br>• Possibilità di misurazione online | • Tempo di misurazione molto breve (inferiore a 1 min)<br>• Possibilità di misurazione on-line | • Procedimento rapido<br>• Basso consumo<br>• Portatile |
| • Reagenti e laboratorio necessari<br>• Processo chimico bagnato (è necessario personale qualificato) | • Soggetto a lavoro non corretto<br>• È necessario un reagente | • Necessità di taratura per specifiche sostanze | • Necessità di taratura per specifiche sostanze<br>• Solo misurazione dell' umidità superficiale<br>• A seconda della temperatura e del tipo di grana | • Adatta solo per poche sostanze (per esempio soluzioni zuccherine) |

* Per questo procedimento METTLER TOLEDO fornisce la strumentazione appropriata.

# 5. Terminologia tecnica

**Umidità (contenuto di umidità):** Nel processo termogravimetrico, l'umidità di un materiale interessa tutte le sostanze che volatilizzano se riscaldate e quindi contribuiscono al calo ponderale del materiale. Oltre all'acqua, si può trattare anche di alcol o prodotti di decomposizione. Con i metodi di misurazione termogravimetrica (essiccatoio ad armadio, essiccamento a infrarossi, a lampada alogena, a microonde) non si fa distinzione tra acqua e componenti volatili.

**Contenuto secco:** percentuale della componente solida di una miscela composta da sostanze solide e liquide rispetto alla massa totale della miscela.

**Termogravimetria/determinazione termogravimetrica dell'umidità:** i processi termogravimetrici sono metodi di pesatura ed essiccamento in cui i campioni vengono essiccati fino al raggiungimento della costanza della massa (o di un tempo definito). La variazione della massa è interpretata come umidità dispersa.

Avvertenza: se le sostanze contengono altre componenti liquide oltre all'acqua, il risultato della misurazione non deve essere definito come contenuto d'acqua. Se si conosce il contenuto d'acqua di un certo campione (ad esempio mediante una titolazione Karl Fischer di determinazione selettiva dell'acqua), è possibile determinare questo valore con una procedura termogravimetrica (ad esempio essiccamento a lampada alogena) scegliendo i parametri di essiccamento appropriati.

**Processo di riferimento:** processo di misurazione per la determinazione del contenuto di umidità che consente di risalire agli standard (di legge). A seconda del processo di riferimento è possibile misurare diverse componenti (acqua, altre sostanze volatili).

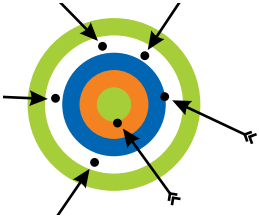
**Processo con essiccatoio ad armadio:** metodo termogravimetrico per la determinazione del contenuto di umidità di un campione. Questo viene essiccato per un determinato periodo di tempo a temperatura costante nell'essiccatoio ad armadio. Dalla differenza di peso prima e dopo l'essiccamento si calcola il contenuto di umidità in percentuale. Per motivi storici, questo procedimento è spesso parte della legislazione (ordinamento sugli alimenti, USP[1)] ecc.)

**Grado di essiccamento:** il grado di essiccamento di un campione si definisce come la perdita di peso ($\Delta$ g) durante un'unità di tempo stabilita (criteri di spegnimento) partendo dallo stesso peso iniziale.

[1)] USP United States Pharmacopeia: calo all'essiccamento [USP<731>]

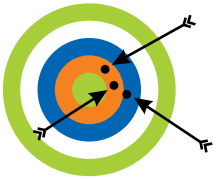
**Metodo:** un metodo definisce il procedimento per ottenere un risultato corretto. Esso comprende tutti i passaggi necessari, come impostazioni dell'apparecchio, scelta dei parametri di misurazione, preparazione del campione e distribuzione del campione.

**(Raggi) infrarossi:** i raggi infrarossi sono onde elettromagnetiche (da 780 nm a 1 mm) che sullo spettro luminoso si trovano immediatamente dopo la luce visibile (380-780 nm). L'occhio umano non è in grado di vedere questi raggi, ma li percepisce come calore.



**Correttezza:** concetto qualitativo inteso come giudizio della deviazione sistematica delle misurazioni. Indica la corrispondenza esistente tra il valore atteso (valore medio) di una serie di valori di misurazione e il valore reale dell'oggetto della misurazione ([ISO[2)] 5725] 3.7).

Osservazione: la correttezza può essere valutata solo se sono disponibili diversi valori di misurazione e un valore di riferimento corretto riconosciuto.



**Precisione:** concetto qualitativo inteso come valutazione della variazione media delle misurazioni. Indica il grado di corrispondenza reciproca tra valori di misurazione indipendenti ottenuti a condizioni prestabilite ([ISO 5725] 3.12). La precisione dipende solo dalla distribuzione delle deviazioni casuali e non è correlata al reale valore della variabile di misurazione.

Esempio: la capacità di uno strumento di misurazione di fornire valori a bassa deviazione.

Osservazione: precisione può essere valutata solo se sono disponibili diversi valori di misurazione.

**Ripetibilità:** indica il grado di corrispondenza tra i risultati di misurazioni consecutive, eseguite alle stesse condizioni di misurazione.

La serie di misurazioni deve essere effettuata dallo stesso operatore, seguendo lo stesso procedimento, nella stessa posizione sullo stesso piano di carico (piatto per campioni), nello stesso luogo di installazione, in condizioni ambientali costanti e senza interruzioni. La deviazione standard della serie di misurazioni è una misura adeguata per indicare il valore della ripetibilità. La misura della

[2)] ISO International Standards Organization

ripetibilità non è una proprietà data dall'analizzatore di umidità. La ripetibilità dipende anche dalle condizioni ambientali (correnti d'aria, oscillazioni della temperatura, vibrazioni), dal campione e dalla regolarità della sua preparazione.

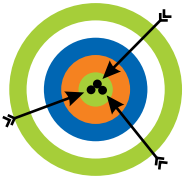
Valore medio:

$$\bar{x} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} x_i$$

$x_i$ = i-esimo risultato della serie di misurazioni
n: numero delle misurazioni, in genere 10

Come misura della ripetibilità si adotta la deviazione standard.

$$s_x = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}\left(x_i - \bar{x}\right)^2}$$



**Accuratezza:** concetto qualitativo che indica quanto si avvicinano i risultati di indagine al valore di riferimento, ove quest'ultimo, a seconda di quanto stabilito o concordato, corrisponde al valore reale, corretto o atteso [DIN[3)] 55350-13].
Per le misurazioni ripetute, l'accuratezza presuppone correttezza e precisione. Per le singole misurazioni tale presupposto non ha validità assoluta.

**Riproducibilità:** indica l'avvicinamento tra i valori di misurazione della stessa unità di misura, ove le singole misurazioni sono state condotte in condizioni diverse (da indicare), per esempio per quanto riguarda

- processo di misurazione
- osservatore
- dispositivo di misurazione
- luogo di misurazione
- condizioni di applicazione
- ora

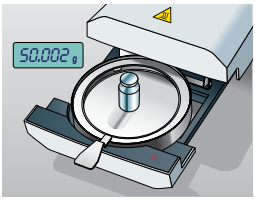
[3)] DIN Istituto tedesco per la standardizzazione

**Qualificazione (qualificazione dell'apparecchiatura, Equipment Qualification):** controllo e documentazione del fatto che l'apparecchio e la tecnica impiegata siano adatti allo scopo previsto. Il concetto di Equipment Qualification (EQ) comprende i seguenti elementi: Design Qualification (DQ), Installation Qualification (IQ), Operational Qualification (OQ), Performance Qualification (PQ) e Maintenance Qualification (MQ).

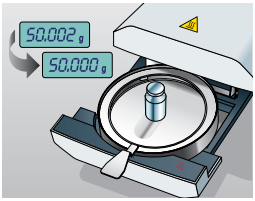
DQ: definizione dei requisiti relativi alle specifiche tecniche dell'apparecchio e alla documentazione del processo decisionale.
IQ: documentazione e garanzia che l'apparecchio fornito soddisfa le specifiche tecniche richieste, che è installato correttamente e che l'ambiente è adatto al suo funzionamento.
OQ: documentazione del funzionamento dell'apparecchio conformemente alle specifiche fissate.
PQ: documentazione del fatto che l'apparecchio soddisfa i requisiti e le specifiche nel funzionamento di routine.
MQ: descrizione e documentazione di tutte le misure necessarie per la manutenzione pianificata, la taratura periodica, la pulizia dello strumento e la formazione dell'operatore.

**Validazione:** la fornitura delle prove e della relativa documentazione che attesta che un apparecchio (o un metodo) offre le prestazioni previste.

**Taratura (verifica):** verifica della deviazione tra valore di misurazione e valore reale dell'unità di misura a condizioni prefissate senza apportare alcuna modifica (regolazione)




**Regolazione:** impostazione dell'apparecchio di misurazione in modo che il valore di misurazione sia corretto: prima si verifica la deviazione tra il valore di misurazione e il valore reale (taratura), poi si effettua l'opportuna correzione.



# 6. Indice


**A**
Acquisizione del campione 15, 19, 22
Area di lavoro 9
Assorbimento 6, 36
AutoMet 24
Avvertenze di sicurezza 14, 20, 27

**C**
Combustione 26
Contenuto di umidità 3, 5, 16, 26, 38
Contenuto secco 38
Correttezza 18, 39, 40
Criterio di di spegnimento 7, 22, 24
Curva di essiccamento 20, 21

**D**
Decomposizione 21, 38
Distribuzione del campione 16, 27, 39

**E**
Esempi di applicazione 3, 2
Essiccamento a infrarossi 5, 36
Essiccamento a lampada alogena 3, 6
Essiccamento a microonde 36

**F**
Filtro in fibra di vetro 15, 25, 26, 28
Forno di essiccazione 4, 6, 18, 19, 20, 30, 32, 36, 38

**G**
Grado di essiccamento 7, 38

**I**
Idrossido di calcio 37
Installazione 8, 19, 41
IPac 12

**L**
LabX 20
Liquidi 15, 25
Livellamento 11
Luce 10

**M**
Manutenzione 13, 41
Metodo 18, 19, 30, 32, 39

**P**
Piatto per campioni 14
Precisione 18, 22, 39
Processo di riferimento 4, 18, 19, 36, 38
Pulizia 13, 41

**Q**
Qualificazione 12, 41
Quantità di campione 7, 14, 16, 17, 22

**R**
Radiazione alogena 3, 5
Radiazione infrarossa 5, 6, 39

Regolazione 11, 13, 41
Rifrattometria 37

**S**
Spettroscopia a infrarossi 37
Spettroscopia a microonde 37
Sviluppo del metodo 1, 89, 21

**T**
Taratura 12, 13, 41
Tavolo di pesata 8
Temperatura 6, 9, 14, 18, 20, 23, 24
Termogravimetria 3, 5, 36, 38
Test di misurazione 22
Titolazione Karl Fischer 32, 37, 38
Trattamento del campione 14, 18, 19

**U**
Umidità dell›aria 9

**V**
Validazione 30, 41
Validazione del metodo 30

# 7. Bibliografia

**Berliner M. A.,** Feuchtemessung, VEB Verlag Berlin, 1980

**Krahl T.,** Schnellbestimmer für Materialfeuchte und Wassergehalt, Goltze, Göttingen, 1994

**Lück W.,** Feuchtigkeit. Grundlagen, Messung, Regelung, Oldenbourg Verlag, München, 1964

**Nater R., Reichmuth A., Schwartz R., Borys M., Zervos P.,** Wägelexikon, Springer Verlag 2008

**Schubnell M.,** Methodenentwicklung in der thermischen Analyse: Teil 1,
UserCom 1/2005, METTLER TOLEDO, 2005

**Schubnell M.,**Methodenentwicklung in der thermischen Analyse: Teil 2,
UserCom 2/2005, METTLER TOLEDO, 2005

**Wagner M.,** Bestimmung der Adsorption/Desorption von Feuchtigkeit und pharmazeutischen Substanzen,
UserCom 1/2005, METTLER TOLEDO, 2005

**Wernecke R.,** Industrielle Feuchtemessung, Wiley, Weinheim, 2003

Schweizerisches Lebensmittelbuch, Bundesamt für Gesundheit, Abteilung Lebensmittelsicherheit, Bern

Wägefibel, Richtiges Wägen mit Laborwaagen, METTLER TOLEDO, 2008

Methoden der Feuchtegehaltsbestimmung, METTLER TOLEDO, 2002

Validation of Titration Methods, METTLER TOLEDO, 1997

Guidelines for Result Check, Method Validation and Instrument Certification, METTLER TOLEDO, 1997

# 8. Accessori

| **HB43-S / HS153 / HX204** | **Codice articolo MT** | **Commenti** |
|---|---|---|
| **Trattamento dei campioni** (∅ 90 mm) | | |
| Piatto di alluminio per campioni, HA-D90 | 13865 | Serie di 80 |
| Piatto di alluminio professionale per campioni (extra resistente) | 11113863 | Serie di 80 |
| Piatto per campioni tessili voluminosi, HA-CAGE | 214695 | 1 pezzo |
| Dischi in fibra di vetro, HA-F1 | 214464 | Serie di 100 |
| **Stampante** | | |
| Stampante RS-P42 (RS232) | 229265 | |
| Stampante RS-P25 (RS232) | 11124300 | |
| Carta per stampante | 72456 | Kit da 5 rotoli |
| Carta per stampante (autoadesiva) | 11600388 | Kit da 3 rotoli |
| Nastro per stampante, nero | 65975 | Kit da 2 |
| **Gestione della qualità** | | |
| HA-ETTC, set di regolazione della temperatura certificato (per HX/HS) | 30020851 | |
| HA-TTC, set di regolazione della temperatura certificato (per HB/MJ/HR/HG) | 214528 | |
| cSmartCal (certificata, set da 24) | 30005791 | |
| cSmartCal (certificata, set da 12) | 30005793 | |
| SmartCal (set da 24) | 30005790 | |
| SmartCal (set da 12) | 30005792 | |
| StarterPac di cSmartCal (tutti gli accessori, protocolli di misurazione, 12 bustine) | 30005918 | |
| Peso di regolazione certificato da 200 g (HX) | 11119532 | |
| Peso di regolazione certificato da 100 g (HS) | 11119531 | |
| Peso di regolazione certificato da 20 g (HB/MJ) | 11119529 | |
| **Accessori** | | |
| Cappottina protettiva per terminale HX/HS | 30003957 | 1 pezzo |
| Capottina protettiva resistente alle sostanze chimiche HB43-S | 11113363 | Kit da 2 |
| Supporto per terminale HX/HS | 30018474 | 1 pezzo |
| Filtro antipolvere HX/HS | 30020838 | set of 50 |
| Supporto stampante per HX/HS | 30066692 | 1 pezzo |